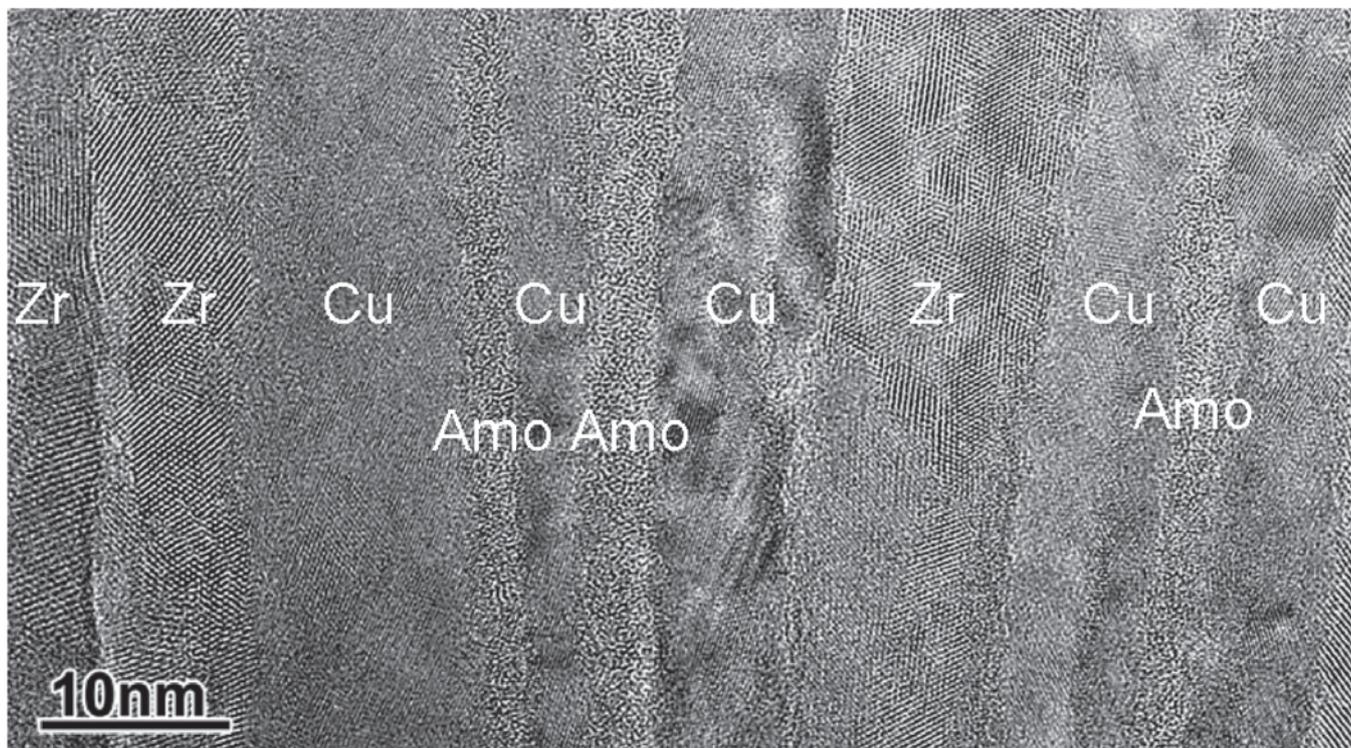


【ミニ特集】超強加工により形成する組織写真集-6 バルク超強加工材の組織

## 超強加工されたCu+Zr積層体におけるバルクメカニカルアロイングとアモルファス形成

Bulk Mechanical Alloying and Amorphization in Ultrahigh Strained Cu+Zr Multi-Stacks

辻 伸泰\*1、大崎 智\*2、大久保 忠勝\*3、宝野 和博\*3、孫 玉峰\*1、寺田 大将\*1、戸高 義一\*4、梅本 実\*4

Fig.1 HREM image of the Cu+Zr specimen ARB processed by 9 cycles ( $\epsilon = 13.7$ ) at RT. Observed from TD

超強加工あるいは巨大ひずみ加工 (severe plastic deformation: SPD) の研究は、超微細粒組織を得ることを目的として、単体の金属・合金に対して従来行なわれてきた。一方、粉末のボールミリングによりいわゆるメカニカルアロイング (MA) が生じることがよく知られている<sup>1)</sup>が、メカニカルアロイング中に起こっている粉末の鍛錬、破壊、圧着の一連の過程も、一種の超強加工であると考えられる。したがって、異種金属接合体の超強加工を極めて大きなひずみまで繰返せば、バルク状態で MA が生じ、非平衡組織が得られる可能性がある。これは、バルク非平衡材料創製の新たな手法として興味深い。また、粉末のボールミリングでは、粉末とボールを封入したポットが一種のブラックボックスとなり、MAの素過程を明らかにすることができていない。超強加工を利用したバルク MA が実現できれば、各段階での試験片の組成・構造解析を行なうことにより、MAの機構を解明することも可能であると考えられる。本研究では、アモルファス形成能の高い二元系として Zr-Cu 系を選択し、純 Cu と純 Zr の積層体に超強加工を施したときの組織・相変化を調査した<sup>2,3)</sup>。

純 Cu (純度 99.96%) と純 Zr (純度 99.2%) の板を交互に積層し、ARB (accumulative roll bonding) 法<sup>4)</sup>と HPT (high pressure torsion) 法<sup>4)</sup>による超強加工を施した。超強加工に供した積層体の全体としての平均組成は、Cu-29at% Zr であった。ARB は、1 サイクルあたりの圧下率を 75% (相当圧下ひずみ 1.6) とし、室温で 10 サイクルの ARB を施して板厚約 1mm の板材を得た。10 サイクル ARB 材の受けた相当圧下ひずみは 15.8 であり、これは、厚さ 568 メートルの巨大な金属を厚さ

1mm まで圧延することに相当する。9 サイクル ARB 材の高分解能 TEM 写真を Fig.1 に示す<sup>2)</sup>。厚さ 10nm 以下の Zr 層と Cu 層が交互に並んだ、ナノラメラ組織が観察される。詳細に検討すると、比較的厚さの大きい Zr 層においては、Cu との界面近傍が結晶格子に対応した周期的コントラストを示さず、アモルファス化していることが分かる。また、Cu 層の間に、Zr 層ではなく、厚さ数 nm 以下のアモルファス層が観察される場所もある。TEM 内でのナノビーム組成分析の結果、ARB による超強加工に伴って、界面近傍で合金化が進行し、その場合主に Cu 原子が Zr 層中に侵入していくこと、また、Cu 濃度が大きくなれば、アモルファス化が生じることが明らかとなった<sup>2)</sup>。Cu 層の間に見られた薄いアモルファス層は、厚さの小さい Zr 層が、合金化の結果全てアモルファスになったものと考えられる。このように、異種金属積層体の超強加工により、バルク MA が起こり、過飽和固溶体やアモルファスが形成されることが明らかとなった。

一方、ARB 法ではひずみ量の増加とともに板端部等での割れが生じ、異種金属積層体に付加できるひずみ量に実質的な限界があることが、上記実験により明らかとなった。そこで、破壊を防ぎながらより大きなひずみを付与できる HPT 法による超強加工を行なった。Cu+Zr 積層体の直径 10mm のディスク状試験片を用意し、室温で圧力 5GPa、回転速度 0.2rpm で最大 50 回転までの HPT 加工を施した。HPT 加工時の試料の温度上昇は、10℃以下であった。50 回転の HPT 加工を行なった場合、試験片外周部における相当ひずみは、5500 に達する。Fig.2 に、各回転数 (r) の HPT 加工を施した試験片の X 線回折結果を示す<sup>3)</sup>。

\* 1 大阪大学大学院工学研究科

\* 2 (独)物質材料研究機構 (現・日本製鋼所)

\* 3 (独)物質材料研究機構

\* 4 豊橋技術科学大学大学院工学研究科

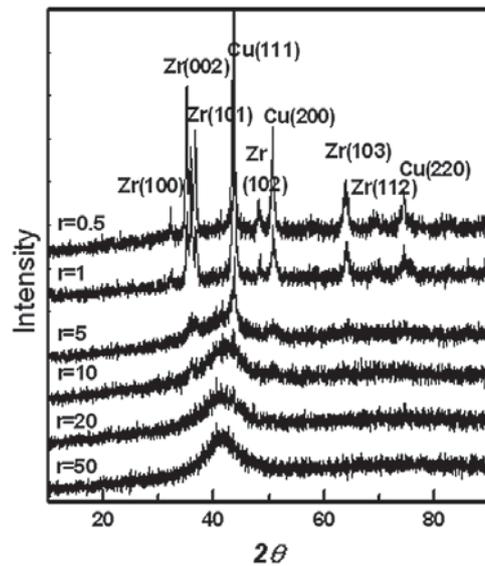


Fig.2 XRD profiles of the Cu+Zr specimens HPT processed by various rotations ( $r$ ) at RT

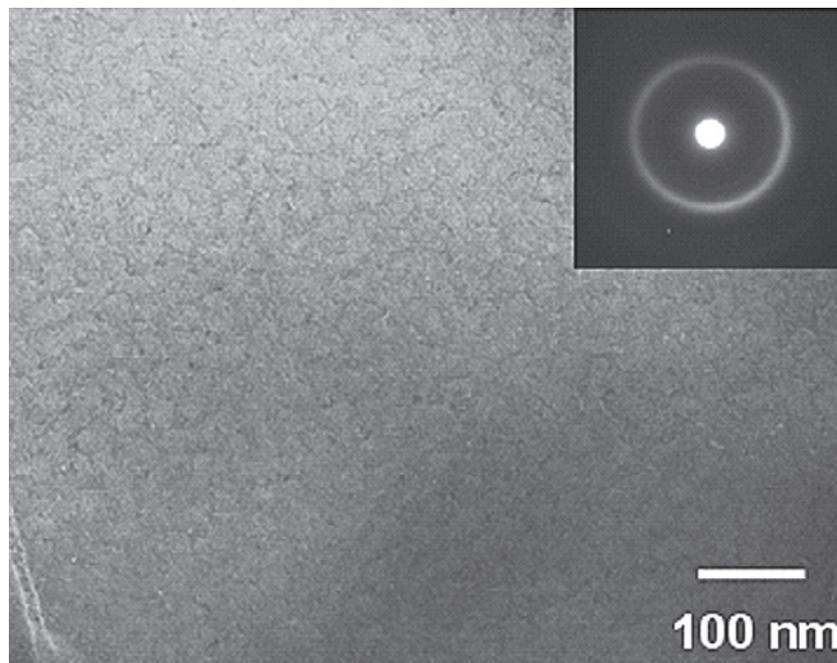


Fig.3 TEM image and corresponding SAD pattern of the Cu+Zr multi-stack specimen HPT processed by 20 rotations

回転数(ひずみ)の小さい間は、CuおよびZr結晶質の回折ピークが観察されるが、5回転で結晶のピークが弱くなり、10回転以上では $2\theta=40^\circ$ 強の位置に、ハローピークが観察された。20回転材のTEM組織と電子線回折図形をFig.3に示す<sup>3)</sup>。観察領域のほぼ全面がアモルファス相となっていることが分かる。また、DSC測定により、超強加工で得られた本系のアモルファスは、明確なガラス遷移を示す金属ガラスであることも明らかとなっている<sup>5)</sup>。

以上のように、バルク超強加工を極めて大きな塑性ひずみまで行なえば、異種金属の合金化や、系によってはアモルファス化も生じることが明らかとなった。

#### 参考文献

- 1) 新宮秀夫：軽金属, 40 (1990), 850.
- 2) S. Ohsaki, S. Kato, N. Tsuji, T. Ohkubo and K. Hono : Acta Mater., 55 (2007), 2885.
- 3) Y.F. Sun, Y. Todaka, M. Umamoto and N. Tsuji : J. Mater. Sci., (2009), in press. DOI : 10.1007/s10853-008-2634-x
- 4) N. Tsuji, Y. Saito, S.H. Lee and Y. Minamino : Adv. Eng. Mater., 5 (2003), 338.
- 5) Y.F. Sun, N. Tsuji, S. Kato, S. Ohsaki and K. Hono : Mater. Trans., 48 (2007), 1605.

(2008年11月10日受付)